

Abstract attached

①9 BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENTAMT

①2 **Offenlegungsschrift**
①1 **DE 3446177 A1**

②1 Aktenzeichen: P 34 46 177.9
②2 Anmeldetag: 18. 12. 84
④3 Offenlegungstag: 4. 7. 85

⑤1 Int. Cl. 4:
C09 B 67/20
C 09 B 67/46
C 09 B 67/04
C 09 B 47/04
C 09 D 17/00
C 09 D 11/02

Behördeneigentlich

DE 3446177 A1

③0 Unionspriorität: ③2 ③3 ③1
23.12.83 US 564 666

⑦1 Anmelder:
Inmont Corp., Clifton, N.J., US

⑦4 Vertreter:
Andrae, S., Dipl.-Chem. Dr.rer.nat., 8000 München;
Flach, D., Dipl.-Phys., 8200 Rosenheim; Haug, D.,
Dipl.-Ing.; Kneißl, R., Dipl.-Chem. Dr.rer.nat.,
Pat.-Anw., 8000 München

⑦2 Erfinder:
Chisvette, Dominick, Colonia, N.J., US; Lattimore,
James, Paterson, N.J., US; Sova, Stanley G., Clifton,
N.J., US

⑤4 Verfahren zur Herstellung einer Phthalocyanin-Pigment-Dispersion aus einem Roh-Phthalocyanin

Kontinuierliches Verfahren zur Herstellung einer Dispersion eines Phthalocyanin-Blau-Pigments in einem organischen Lösungsmittel, das die folgenden Stufen aufweist:

(A) Mischen eines rohen Phthalocyanin-Pigments mit einer Konzentration von 10 bis 50 Gew.-% mit von etwa 5 bis 20 Gew.-%, bezogen auf das Pigment, eines Tensids in einem Bindemittel, das ein organisches Lösungsmittel enthält, und
(B) kontinuierliches Pumpen der Mischung aus (A) durch wenigstens zwei Schrot als Mahlmedium enthaltende Mühlen in Reihe, wobei der Durchmesser des Mahlmediums Schrot im Bereich von 0,1 bis 2,5 mm liegt, sowie Mahlen der Mischung, bis die Teilchengröße des Rohprodukts so weit vermindert ist, daß die Lösungsmitteldispersion eine geeignete Färbekraft für ihre Verwendung in Druckfarben und Anstrichstoffen aufweist.

Die erzeugten Blau-Pigment-Dispersionen sind besonders nützlich für pastöse Druckfarben und Anstrichstoffe auf der Basis organischer Lösungsmittel.

DE 3446177 A1

Dipl.-Chem. Dr. Stefan ANDRAE
Dipl.-Phys. Dieter FLACH
Dipl.-Ing. Dietmar HAUG
Dipl.-Chem. Dr. Richard KNEISSL
PATENTANWÄLTE
Steinstr. 44, D-8000 München 80

18. DEZ. 1984

Anm: INMONT CORPORATION

Clifton, N.J. 07015, V.St.A.

Az.: 297 AS/sc

Verfahren zur Herstellung einer Phthalocyanin-Pigment-Dispersion aus einem Roh-Phthalocyanin

Patentansprüche

- 1 1. Verfahren zur Herstellung einer Phthalocyanin-Pigment-Dispersion aus einem Roh-Phthalocyanin, bei dem ein Phthalocyanin-Rohprodukt, von dem wenigstens 80% der rohen Teilchen eine Größe von mehr als 1 μm aufweisen, in eine dispergierte
- 5 Form überführt wird, die für Druckfarben und Anstriche verwendbar ist, dadurch g e k e n n z e i c h n e t , daß das Verfahren umfaßt
- (A) Vormischen des Phthalocyanin-Rohprodukts in einer Menge von etwa 10-50 Gew.-% mit von etwa 5-20 Gew.-%, bezogen auf das Pigment, eines Tensids in einem Bindemittel,
- 10 das ein organisches Lösungsmittel enthält, wobei das genannte Vormischen mit einer solchen Mischbewegung erfolgt, daß lockere Rohprodukt-Agglomerate aufgebrochen werden und

- 1 eine gleichförmige Mischung des Rohprodukts erhalten wird,
ohne daß die Teilchengröße des Rohprodukts nennenswert ver-
mindert wird, und
- (B) kontinuierliches Hindurchpumpen der in Stufe
- 5 (A) erzeugten Mischung durch wenigstens eine, jedoch vor-
zugsweise zwei Schrot-Mühlen, die zwischen 50 und 90 Vol.-%
eines Mahlmediums enthalten, das einen Durchmesser von
etwa 0,1 bis 2,5 mm aufweist, sowie Vermahlen mit einer
solchen Geschwindigkeit, daß die Teilchengröße auf Pig-
10 ment-Teilchengröße vermindert wird.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet,
daß das Vermahlen in der Schrotmühle bei einer Temperatur
von 5 bis 80°C durchgeführt wird.
- 15 3. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet,
daß das Tensid ein lösungsmittellösliches nicht-ionisches
Tensid ist.
- 20 4. Verfahren nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet,
daß das lösungsmittellösliche nicht-ionische Tensid ein
Ethylenoxid-Addukt ist.
5. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet,
25 daß das Tensid ein lösungsmittellösliches kationisches
Tensid ist.
6. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet,
daß das Tensid ein festes Tensid ist.
- 30 7. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet,
daß das rohe Phthalocyanin-Pigment ausgewählt ist aus
Kupfer-, Kobalt-, Zink-, Nickel-, Kadmium-Phthalocyanin
und metallfreiem Phthalocyanin.
- 35

- 1 8. Verfahren zur Herstellung einer Kupfer-Phthalocyanin-Pigment-Dispersion aus einem rohen Kupfer-Phthalocyanin, bei dem ein rohes Kupfer-Phthalocyanin-Pigment, bei dem wenigstens 80% des Rohprodukts eine Größe von mehr als
5 1 µm Durchmesser aufweisen, in eine dispergierte Form überführt wird, die für Druckfarben und Anstriche verwendbar ist, dadurch gekennzeichnet, daß das Verfahren umfaßt
- (A) Vormischen des rohen Pigments mit 5 bis 20 Gew.-% eines Tensids in einem Bindemittel, das ein organisches Lösungsmittel enthält, wobei das genannte Vormischen
10 unter einer solchen Mischbewegung durchgeführt wird, daß lockere Pigment-Agglomerate aufgebrochen werden und eine gleichmäßige Mischung aller Bestandteile erhalten wird, ohne daß die Teilchengröße des Pigments nennenswert ver-
15 mindert wird, und
- (B) kontinuierliches Pumpen der Mischung aus Stufe (A) durch wenigstens zwei Schrot-Mühlen, die zwischen 50 und 90 Vol.-% eines Mahlmediums enthalten, das eine Größe im Durchmesserbereich von 0,1 bis 2,5 mm aufweist, und Vermahlen, bis die Dispersion eine geeignete Färbekraft für ihre Verwendung in Druckfarben und Anstrichen aufweist.
- 20
9. Eine Dispersion für eine Druckfarbe auf Lösungsmittelbasis, die ein blaues Kupfer-Phthalocyanin-Pigment in einer Lösung eines Bindemittelharzes und einem organischen Lösungsmittel dispergiert enthält, dadurch gekennzeichnet, daß das Pigment nach dem Verfahren gemäß Anspruch 8 dispergiert wurde.
- 25
- 30
10. Dispersion für eine pastöse Druckfarbe, die ein blaues Kupfer-Phthalocyanin-Pigment in einer Lösung aus einem Bindemittelharz und einem organischen Lösungsmittel dispergiert enthält, dadurch gekennzeichnet, daß das
35 Pigment nach dem Verfahren gemäß Anspruch 8 dispergiert wurde.

1

Verfahren zur Herstellung einer Phthalocyanin-Pigment-Dispersion aus einem Roh-Phthalocyanin

5

Die vorliegende Erfindung betrifft ein kontinuierliches Verfahren zur Herstellung von Phthalocyanin-Pigment-Dispersionen von primär β -Kristallstruktur und insbesondere ein kontinuierliches Verfahren zur Herstellung einer Dispersion von blauem Phthalocyanin-Pigment in einem Bindemittel, das ein organisches Lösungsmittel enthält. Die blaue Phthalocyanin-Pigment-Dispersion kann in pastösen oder teigartigen Druckfarben sowie in Druckfarben und Anstrichstoffen auf Lösungsmittelbasis verwendet werden.

15

Die Herstellung eines Phthalocyanin-Pigment-Rohstoffs führt üblicherweise zur Bildung eines Produkts, das Verunreinigungen mit relativ großer Kristallgröße enthält und das dem Fachmann als "Phthalocrude" (Roh-Phthalocyanin) bekannt ist. Dieses Rohprodukt erfordert eine Verminderung der Teilchengröße und/oder Reinigung in irgendeiner Form, damit es als Pigment verwendet werden kann, das ein Färbvermögen und eine Intensität aufweist, die für die Verwendungen in Zusammensetzungen, wie beispielsweise Druckfarben und Anstrichstoffen, erforderlich sind.

30

Es wurden bereits verschiedene Verfahren zur Verminderung der Teilchengröße und zur Verbesserung der Reinheit des Roh-Phthalocyanins vorgeschlagen.

Die Verwendung eines wäßrigen Mediums zum Mahlen von Roh-Phthalocyanin ist in der US-PS 2 999 862 beschrieben. Die US-PS 3 775 149 betrifft die Herstellung von Phthalocyanin-Pigmenten und betrifft dabei insbesondere das Vermahlen von Roh-Phthalocyanin in wäßriger Suspension in Gegenwart eines Tensids, um eine filtrierbare Paste eines Phthalo-

- 1 cyanins zu erhalten, das überwiegend in Form des Beta-Pigments vorliegt. Dieses Verfahren führt jedoch zu einem ausgeflockten Produkt, bei dem das Pigment gereinigt ist, wenn es als Preßkuchen oder in trockener Form gewonnen wird.
- 5 Die Ausflockung des Pigments war bei diesen bekannten Verfahren somit ein erwünschtes Merkmal und wurde als Maßnahme zur Reinigung des Pigments durchgeführt. Der erhaltene Preßkuchen oder die trockene Form des Pigments mußte dann jedoch zur Verwendung in Produkten, wie beispielsweise
- 10 Druckfarben, Tinten, Anstrichstoffen und Farben usw., redispersiert werden.

In der US-Patentanmeldung Ser.No. 033 362 vom 26. April 1979 wird ein kontinuierliches Verfahren zur Herstellung

15 einer wäßrigen Phthalocyanin-Pigment-Dispersion im Detail beschrieben.

Wir haben nunmehr gefunden, daß ein Beta-Phthalocyanin-Pigment nach einem kontinuierlichen Verfahren in einem

20 Bindemittel hergestellt werden kann, das ein organisches Lösungsmittel enthält, wobei die erhaltene Pigment-Dispersion anschließend direkt in Produkten auf Lösungsmittelbasis, wie beispielsweise in pastösen Druckfarben auf Ölbasis oder in organischen Anstrichstoffen verwendet werden kann. Die erfindungsgemäße Pigment-Dispersion in einem organischen Lösungsmittel ermöglicht das Weglassen von

25 zwei Stufen der Verwendung eines blauen Phthalocyanin-Pigments, nämlich das Abfiltrieren des ausgeflockten Pigments und seine Redispersierung für irgendeinen Endzweck.

30 Der vorliegenden Erfindung liegt somit die Aufgabe zugrunde, ein vereinfachtes Verfahren zur Herstellung einer Phthalocyanin-Pigment-Dispersion aus einem Phthalocyanin-Rohprodukt anzugeben, die direkt für Druckfarben und Anstrichstoffe verwendet werden kann.

35

- 1 Diese Aufgabe wird durch Verfahren gemäß den Ansprüchen
1 und 8 sowie durch Dispersionen gemäß den Ansprüchen
9 und 10 gelöst. Vorteilhafte Ausgestaltungen des Grund-
verfahrens sind den Ansprüchen 2 bis 7 zu entnehmen.

5

- Die vorliegende Erfindung betrifft somit ein zweistufiges
kontinuierliches Verfahren zur Umwandlung eines Roh-Phtha-
locyanins in eine in einem organischen Lösungsmittel dis-
pergierte Form, die für Teigdruckfarben auf Ölbasis und
10 organische Anstriche verwendet werden kann, wobei das Ver-
fahren umfaßt:

- (A) Vormischen des Roh-Phthalocyanins mit von etwa
5 bis etwa 20 Gew.-%, bezogen auf das Pigment, eines Ten-
sids, sowie einer solchen Menge an einem ein organisches
15 Lösungsmittel enthaltenden Bindemittel, die ausreicht, die
Konzentration des Rohprodukts auf 10 bis 50 Gew.-%, bezogen
auf die Gesamtmischung, zu vermindern, wobei das Vormischen
durch ein solches Mischen oder Rühren bewirkt wird, daß
die lockeren und feuchten Agglomerate aufgebrochen und ei-
20 ne gleichförmige Mischung der Bestandteile erhalten wird,
ohne daß die Teilchengröße des Rohprodukts nennenswert ver-
mindert wird, und

- (B) kontinuierliches Pumpen der Mischung aus (A)
durch wenigstens eine, jedoch vorzugsweise zwei sogenannte
25 "Schrot-Mühlen" in Reihe, die zwischen 50 und 90 Vol.-%
eines Mahlmediums enthalten, das eine Größe im Durchmesser-
bereich von etwa 0,1 bis 2,5 mm aufweist, wobei die Ge-
schwindigkeit eine solche ist, daß die Größe des Rohpro-
dukts soweit vermindert wird, daß die erhaltene Pigment-
30 Dispersion ein geeignetes Färbevermögen für ihre Verwen-
dung in Druckfarben und Anstrichstoffen aufweist.

- Insbesondere betrifft die vorliegende Erfindung ein konti-
nuierliches Verfahren zur Herstellung einer Pigment-Disper-
35 sion aus einem blauen Phthalocyanin in einem organischen
Lösungsmittel. Das bevorzugte Verfahren umfaßt somit

1 (A) Vormischen des Roh-Phthalocyanins mit von etwa
5 bis 20 Gew.-%, bezogen auf das Pigment, eines Tensids
und einer solchen Menge eines organischen Lösungsmittel
enthaltenden Bindemittels, die ausreicht, die Konzen-
5 tration des Rohprodukts auf 10 bis 50 Gew.-%, bezogen auf
die Gesamtmischung, zu vermindern, wobei das Vormischen
durch ein solches Mischen und Rühren bewirkt wird, daß die
lockeren Rohprodukt-Agglomerate aufgebrochen werden und daß
eine gleichförmige Mischung des Rohprodukts erhalten wird,
10 ohne daß dabei die Teilchengröße des Rohprodukts nennens-
wert vermindert wird, sowie

 (B) kontinuierliches Pumpen der in Stufe (A) erhal-
tenen Mischung durch eine, jedoch vorzugsweise zwei soge-
nannte "Schrot-Mühlen" in Reihe, die zwischen 50 und 90
15 Vol.-% eines Mahlmediums enthalten, das eine Größe im Durch-
messerbereich von etwa 0,1 bis 2,5 mm aufweist, sowie Ver-
mahlen mit einer solchen Geschwindigkeit, daß die Teilchen-
größe des Rohprodukts auf Pigment-Teilchengröße vermindert
wird.

20 Unter dem Begriff Roh-Phthalocyanin werden im Rahmen der
vorliegenden Erfindung rohe Phthalocyanin-Pigmente ver-
standen, die im kommerziellen Maßstab auf verschiedenen
Synthesewegen erhalten werden und die Kupfer-, Kobalt-,
25 Zink-, Nickel- und Kadmium-Phthalocyanine sowie metallfreie
Phthalocyanine enthalten. Kupfer-Phthalocyanin ist beson-
ders bevorzugt, und zwar aufgrund seines bekannten Han-
delswertes für Druckfarben und Anstriche. Das Roh-Phthalo-
cyanin weist typischerweise eine Teilchengröße auf, bei der
30 wenigstens 80% der Rohteilchen eine Größe von mehr als 1 µm
aufweisen. Nach der Umwandlung des Rohprodukts nach dem er-
findungsgemäßen Verfahren wurde festgestellt, daß wenig-
stens 95% der Pigmentteilchen eine Teilchengröße von weni-
ger als 1 µm aufweisen, und diese Größe wird im Rahmen der
35 vorliegenden Anmeldung als Pigment-Teilchengröße bezeich-
net. Die Teilchengrößenmessungen werden am einfachsten

- 1 unter Verwendung eines Sedigraph 500 Particle Size Analyzers
durchgeführt. Unter Pigment-Teilchengröße verstehen wir ei-
ne solche Teilchengröße (des verarbeiteten Rohprodukts), von
dem eine Dispersion eine Färbekraft aufweist, die für die
5 Verwendung in Druckfarben und Anstrichen geeignet ist.

- Die Färbekraft wird üblicherweise dadurch gemessen, daß man
die Farbe eines Pigments (des Ansatzes), vermischt mit ei-
ner spezifischen Menge einer Weißbasis, mit der Farbe eines
10 anderen Pigments (dem Standard) vergleicht, das mit einer
gleichen Menge der gleichen Weißbasis vermischt ist. Die
Mengen an Standard- und Ansatz-Pigment sind in beiden Farb-
tönen die gleichen, scheinen jedoch unterschiedlich zu sein,
wenn Unterschiede bei der Teilchengröße und damit beim Fär-
15 bevermögen bestehen. Wenn die Farbe der Ansatz-Tönung
scheinbar von einer größeren Pigmentmenge erzeugt wurde als
die Farbe der Standard-Tönung, wird der Ansatz als stärker
als der Standard betrachtet. Unter Anwendung derartiger
Prüfverfahren wurde festgestellt, daß das Färbevermögen des
20 ungemahlenen Rohprodukts sehr niedrig oder im wesentlichen
fast Null ist, während das Färbevermögen der Dispersion des
Roh-Pigments, die gemäß der vorliegenden Erfindung erzeugt
wurde, sehr viel höher ist als die des ursprünglichen Roh-
produkts (in der Größenordnung einer 100fachen Vergröße-
25 rung).

- Gemäß einer bevorzugten Ausführungsform betrifft die vor-
liegende Erfindung ein Verfahren zur Umwandlung eines ro-
hen Kupfer-Phthalocyanin-Pigments mit einer solchen Teil-
30 chengröße, daß wenigstens 80% der Teilchen größer als
1 μ m sind, in eine dispergierte Form, die für Druckfarben
und Anstrichstoffe nützlich ist, wobei das Verfahren um-
faßt

- (A) Vormischen des rohen Pigments mit 5 bis 20 Gew.-%
35 eines Tensids und einer solchen Menge eines Bindemittels,
das ein organisches Lösungsmittel enthält, die ausreicht,

- 1 die Pigment-Konzentration auf 10 bis 50 Gew.-%, bezogen
auf die Gesamtmischung, zu vermindern, wobei das Vormi-
schen durch ein solches Mischen oder Rühren bewirkt wird,
daß lose Pigment-Agglomerate aufgebrochen werden und eine
5 gleichförmige Mischung der Bestandteile erhalten wird, oh-
ne daß die Teilchengröße des Pigments nennenswert ver-
mindert wird, und

- (B) kontinuierliches Pumpen der Mischung aus (A)
durch wenigstens eine, jedoch vorzugsweise zwei "Schrot-
10 Mühlen" in Reihe, die zwischen 50 und 90 Vol.-% eines
Mahlmediums enthalten, das eine Teilchengröße im Durch-
messerbereich von 0,1 bis 2,5 mm aufweist, sowie Vermah-
len dieser Mischung mit einer solchen Geschwindigkeit,
daß die Dispersion mit einem geeigneten Färbevermögen
15 für ihre Verwendung in Druckfarben und Anstrichstoffen
erhalten wird.

- Die für das vorliegende Verfahren verwendbaren Tenside
umfassen feste Tenside sowie lösungsmittellösliche
20 nicht-ionische und kationische Lösungstypen. Dabei sind
jedoch nur bestimmte Verbindungen jeder Klasse wirksame
Dispergiermittel. Damit es wirksam ist, muß ein Tensid
gemäß der vorliegenden Erfindung die folgenden Kriterien
erfüllen:

- 25 (A) die Konzentration des Tensids relativ zum rohen
Pigment muß so groß sein, daß die gesamte Oberfläche des
gemahlenen Rohprodukts von einer monomolekularen Schicht
des Tensids bedeckt wird, und

- (B) das Tensid muß in einem Lösungsmittel nur bis
30 zu dem erforderlichen Konzentrationsniveau löslich sein,
d.h. es muß teilweise löslich sein.

- Die gemäß der vorliegenden Erfindung nützlichen festen Ten-
side können generell als Fettsäure-Aminsalze von sulfonier-
35 tem Phthalocyaninblau beschrieben werden.

- | 1 <u>Handelsbezeichnung</u> | <u>Chemische Bezeichnung</u> |
|-----------------------------|---|
| a) Toyo 103 | Fettsäure-Aminsatz von sulfoniertem Phthalocyaninblau |
| 5 b) Solperse 5000 | " |
| c) Inmont 2741 | " |
| d) BT 417D | Sulfoniertes Phthalocyaninblau. |
- 10 Die nicht-ionischen Tenside können im allgemeinen als Ethylenoxid-Addukte beschrieben werden, die kationischen Tenside als quaternäre Ammoniumsalze und Amine und die anionischen Tenside als Säuresalze.
- 15 Spezifische Tenside vom Lösungstyp, die sich als geeignet erwiesen haben, umfassen:

Tensid-Typ

- | | | | |
|----|------------------|------------------|-------------------------------|
| 20 | I. Nicht-ionisch | a) Triton X15 | Octylphenoxypolyethoxyethanol |
| | II. Kationisch | a) Ethomeen 0-12 | Polyoxyethylen-oleylamin |
- 25 Typische nützliche Tensidkonzentrations-Niveaus liegen zwischen etwa 5 bis 20 Gew.-%, bezogen auf das rohe Phthalocyanin. Dieses Konzentrationsniveau des Tensids ist ein kritisches Merkmal der vorliegenden Erfindung, und es wurde festgestellt, daß es zu einer verkürzten Mahlzeit oder
- 30 einem schnelleren Durchsatz durch die Mühlen führt, sowie zu einem Vermahlen des Rohprodukts zu einer sehr viel kleineren Teilchengröße, ohne daß das Pigment in den verdünnten End-Zusammensetzungen ausflockt. Es ist sehr wichtig, daß nach dem vorliegenden Dispersions-Verfahren zur Pigmentherstellung keine Ausflockung erfolgt und daß die Tensid-Auswahl und -Konzentration somit kritische Aspekte der
- 35

- 1 vorliegenden Erfindung darstellen.

Das erfindungsgemäße Verfahren wird vorzugsweise bei einer Temperatur von etwa 5 bis 80°C durchgeführt und arbeitet bei Raumtemperatur vollständig zufriedenstellend. Da in der Praxis jedoch alle Mahloperationen zu einer Wärmeerzeugung führen, kann gegebenenfalls ein Kühlen erforderlich sein, wenn die Mischung auf Umgebungstemperatur gehalten werden soll. Man kann einen gewissen Temperaturanstieg, beispielsweise auf 80°C, zulassen, um Kühlkosten zu sparen, ohne daß es zu schädlichen Auswirkungen kommt, es ist jedoch bevorzugt, daß die Mahltemperatur in keinem Falle über 90°C ansteigt.

- 15 Das Benetzen (Vormischen) des Rohprodukts (Stufe A) des erfindungsgemäßen Verfahrens kann in einem Mischbehälter irgendeines beliebigen Typs oder in einer "Schrot-Mühle" (Mühle mit einem feinen Schrot als Mahlmedium, "shot mill") durchgeführt werden. Die Mischung wird zur Erzeugung einer
- 20 homogenen Zusammensetzung gerührt. Vorzugsweise wird die Mischung dann durch wenigstens eine, jedoch vorzugsweise zwei Druck-Schrot-Mühlen gepumpt, die in der Lage sind, ein Mahlmedium aus Glas, Stahl, Keramik usw. im Größenbereich von 0,1 bis 2,5 mm Durchmesser zu halten. Die Geschwindigkeit, mit der die Mischung in 25 Liter-Schrot-
- 25 Mühlen eingespeist wird, kann zwischen 22,7 und 453,6 kg/h (50 bis 1000 lb/h) und vorzugsweise im Bereich von 45,4 bis 113,4 kg/h (100 bis 250 lb/h) variieren. Die Geschwindigkeiten variieren dabei mit der Größe der Schrot-Mühle.
- 30 Die Mischung wird durch wenigstens zwei Schrot-Mühlen geleitet, um den Farbwert für die Färbekraft des Pigments zu erhalten, der für eine kommerzielle Verwendung geeignet ist. Es versteht sich jedoch, daß die Verweilzeiten in den Schrot-Mühlen die Teilchengröße des Pigments bestimmen, und daß auch eine oder mehr als zwei Schrot-Mühlen
- 35 in der Mahlstufe verwendet werden können. Es wurde fest-

- 1 gestellt, daß die Verwendung von wenigstens zwei Schrot-
Mühlen (shot mills) die optimalen Bedingungen der Zeit-
und Energie-Ausnutzung für die Erzeugung von Pigment-Di-
persionen mit einer Färbekraft, wie sie für eine kommer-
5 zielle Verwendung erwünscht ist, bietet.

Die gemäß der vorliegenden Erfindung hergestellten Pig-
ment-Dispersionen können als farbgebende Stoffe für eine
Vielzahl von Druckfarben und Anstrichstoffen auf Lösungs-
10 mittel- und Ölbasis verwendet werden.

Typischerweise enthalten gemäß der vorliegenden Erfindung
hergestellte Druckfarben oder Tinten ein Pigment, das in
einer Harzlösung dispergiert ist. Die Druckfarben können
15 andere herkömmliche Druckfarbenbestandteile enthalten. Bei-
spielsweise können zur Erzielung ihrer bekannten Wirkungen
Ethylcellulose, Wachsverbindungen, Pigment-Netzmittel,
reaktive Kohlenwasserstoffharze usw. zugesetzt sein.

20 Nachfolgend wird die vorliegende Erfindung anhand spezi-
fischer Ausführungsbeispiele näher erläutert. In den Bei-
spielen sind, genau wie an allen anderen Stellen der vor-
liegenden Anmeldung, alle Mengen und Proportionen in Gew.-
Teilen ausgedrückt, es sei denn, es ist etwas anderes an-
25 gegeben.

Beispiel 1

30 Herstellung einer Dispersion von Phthalocyanin-Blau auf Lö-
sungsmittelbasis durch 100stündiges Vermahlen in einer
Kugel-Mühle (Jar Mill)

	Rohes Kupfer-Phthalocyanin-Blau - Toyo # 4	15,0
35	Sulfoniertes Phthalocyanin-Derivat	0,6
	Harzbindemittel (gezinktes Kolophonium)	21,9

1	Triton X-15 Octylphenoxypolyethoxyethanol	0,3
	Lösungsmittel (Lactol-Sprit)	112,2
	0,75 mm Glasperlen	200,0

- 5 Es wurde festgestellt, daß die erhaltene Dispersion des blauen Phthalocyanin-Pigments eine gleiche Färbekraft wie das Standard-Pigment aufweist, wenn sie zu einer Zeitschriften-Tiefdruckfarbe verarbeitet wird.

10

Beispiel 2

Die folgenden Materialien wurden in einen 567,8 l (150 gallon)-Tank gegeben:

15

Rohes Kupfer-Phthalocyanin-Blau - Toyo # 4	19,0
Sulfoniertes Phthalocyanin-Derivat (2741)	1,0
Harzbindemittel (gezinktes Kolophonium)	33,0
Lösungsmittel (Lactol-Sprit)	47,0

20

Diese Materialien wurden in dem Tank solange gemischt, bis eine homogene Mischung erhalten war. Die Mischung wurde dann in einer 25 Liter Drais Horizontal-Scheiben-Mühle mit einer Geschwindigkeit von 68,04 kg/h (150 lbs/h) pro

- 25 Durchgang in insgesamt drei Durchgängen gemahlen. Die Mühle enthält 85 Vol.-% Schrot aus Kohlenstoffstahl mit einem Durchmesser von 0,25 mm. Die erhaltene Dispersion des Phthalocyanin-Blau-Pigments wies, verglichen mit Standard-Dispersionen, überlegene Blau-Färbeeigenschaften auf und
- 30 wurde direkt ohne Ausflockung zur Formulierung dieser Zeitschriften-Tiefdruckfarbe verwendet.

Beispiel 3

35

Das Verfahren von Beispiel 2 wurde wiederholt, außer daß zu dem 567,8-l-Tank die folgenden Materialien zugesetzt wurden:

1	Rohes Kupfer-Phthalocyanin-Blau - Toyo # 4	20,0
	Lecithin	2,0
	Lactol-Sprit	78,0

- 5 Wenn das Mahlen abgeschlossen war (Geschwindigkeit 68,04 kg/h oder 150 lb/h) flockte das Pigment in diesem Falle in einer Zeitschriften-Tiefdruckfarbe aus, weshalb es nicht als Pigment-Dispersion geeignet war.

10

Beispiel 4

Das Verfahren von Beispiel 2 wurde wiederholt, wobei diesmal die nachfolgenden Materialien in den 567,8 l-Tank

- 15 zugegeben wurden:

	Rohes Kupfer-Phthalocyanin-Blau - Toyo # 4	16,0
	Sulfoniertes Phthalocyanin-Derivat (Toyo 103)	0,8
	Behandeltes Phthalocyanin-Blau-Pigment	
20	(DuPont BT 4171)	1,2
	Bis(2-hydroxyethyl)oleylamin (Ethomeen 0/12)	0,2
	Harzbindemittel (geinktes Kolophonium)	32,1
	Lösungsmittel (Lactol-Sprit)	49,7.

- 25 Die Materialien wurden in dem Tank vermischt, bis eine homogene Mischung erhalten worden war. Die Mischung wurde dann in einer Drais Horizontal-Scheiben-Mühle (mit einer Geschwindigkeit von 43,09-68,04 kg/h/Durchgang; 95-150 lb/h/per pass) in insgesamt zwei Durchgängen vermahlen. Die
- 30 Mühle enthielt 85% Stahlschrot mit einem Durchmesser von 0,25 mm. Die erhaltene Dispersion des Phthalocyanin-Blau-Pigments zeigte überlegene Eigenschaften als Blau-Färbemittel und wurde direkt zur Formulierung einer Zeitschriften-Tiefdruckfarbe verwendet.

35

1 Beispiel 5

Die folgenden Materialien wurden in einen 37,85 l (10 gallon)-Tank gegeben:

5	Rohes Kupfer-Phthalocyanin-Blau - Toyo # 4	34,0
	Sulfoniertes Phthalocyanin-Derivat	
	(Solsperse 5000)	1,7
	Solsperse 3000 (geschützt)	2,0
10	mit Maleinsäure modifizierter PE-Ester von	
	Kolophonium (Pentalyn G)	5,88
	Alkyd (K882)	5,88
	Kohlenwasserstofflösungsmittel, 470-Öl	8,69
	Tridecyl-Alkohol	1,4
15	Antioxidans (Ionol-Shell)	0,15
	Lösungsmittel (Lactol-Sprit)	40,3

Die Materialien wurden in dem Tank vermischt, bis eine homogene Mischung erhalten worden war. Die Mischung wurde dann in einer 4 Liter-Netzsch-Horizontalscheiben-Schrot-Mühle mit einer Geschwindigkeit von 9,07 kg/h/Durchgang (20 lbs per hour per pass) in insgesamt drei Durchgängen vermahlen. Die Mühle enthielt 90 Vol.-% Stahlschrot mit einem Durchmesser von 0,45 mm. Die Dispersion wurde direkt in einer Zeitschriften-Tiefdruckfarbe verwendet.

Beispiel 6

30 Beispiel 5 wurde wiederholt, außer daß der Lactol-Sprit durch das Kohlenwasserstoff-Lösungsmittel 470 Magie Oil ersetzt wurde. Diese Dispersion wurde in Druckfarbe auf Ölbasis für den Hochdruck und den hitzeabbindenden Rollen-Offset-Druck verwendet.

First Hit Previous Doc Next Doc Go to Doc#
End of Result Set

☐ **Generate Collection** **Print**

L15: Entry 3 of 3

File: DWPI

Jun 11, 1985

DERWENT-ACC-NO: 1985-158831
DERWENT-WEEK: 198526
COPYRIGHT 2005 DERWENT INFORMATION LTD

TITLE: Dispersing crude phthalocyanine in organic solvent contg. binder - by
blending with surfactant then shot milling

INVENTOR: CHISVETTE, D; LATTIMORE, J ; SOVA, S G

PATENT-ASSIGNEE:

ASSIGNEE	CODE
BASF CORP	BADI
INMONT CORP	INMO

PRIORITY-DATA: 1983US-0564666 (December 23, 1983), 1985JP-0003146 (January 11, 1985)

Search Selected **Search All** **Clear**

PATENT-FAMILY:

PUB-NO	PUB-DATE	LANGUAGE	PAGES	MAIN-IPC
<input type="checkbox"/> <u>US 4522654 A</u>	June 11, 1985		005	
<input type="checkbox"/> <u>DE 3446177 A</u>	July 4, 1985		000	
<input type="checkbox"/> <u>DE 3446177 C</u>	May 23, 1991		000	
<input type="checkbox"/> <u>ES 8604630 A</u>	July 1, 1986		000	
<input type="checkbox"/> <u>FR 2557124 A</u>	June 28, 1985		000	
<input type="checkbox"/> <u>GB 2151650 A</u>	July 24, 1985		000	
<input type="checkbox"/> <u>GB 2151650 B</u>	July 29, 1987		000	
<input type="checkbox"/> <u>IT 1178782 B</u>	September 16, 1987		000	
<input type="checkbox"/> <u>JP 61163978 A</u>	July 24, 1986		000	
<input type="checkbox"/> <u>JP 91074706 B</u>	November 27, 1991		000	

APPLICATION-DATA:

PUB-NO	APPL-DATE	APPL-NO	DESCRIPTOR
US 4522654A	December 23, 1983	1983US-0564666	
DE 3446177A	December 18, 1984	1984DE-3446177	
ES 8604630A	December 21, 1984	1984ES-0538920	
FR 2557124A	December 21, 1984	1984FR-0019608	
GB 2151650A	December 12, 1984	1984GB-0031273	

JP 61163978A	January 11, 1985	1985JP-0003146
JP 91074706B	January 11, 1985	1985JP-0003146

INT-CL (IPC): C07D 207/00; C08K 5/34; C09B 47/04; C09B 67/20; C09D 7/12; C09D 7/14; C09D 11/00; C09D 17/00

ABSTRACTED-PUB-NO: DE 3446177C
BASIC-ABSTRACT:

Crude phthalocyanine having at least 80% particles over 1 micron is converted to dispersed form by first mixing it, at a concn. of 10-50 wt.%, with 5-20 wt.% surfactant (I) in a binder contg. organic solvent. This step breaks loose aggregates without reducing the size of the individual particles.

The mixt. is then passed through at least 1 (pref. 2) shot mills contg. 50-90 vol.% grinding medium of size 0.1-2.5 mm dia., and grinding to the required size for use in pigments.

USE/ADVANTAGE - The milled prod. is suitable for use in inks and coatings. The method eliminates filtration of flocculated pigment and its redispersion for final use.

ABSTRACTED-PUB-NO:

GB 2151650B
EQUIVALENT-ABSTRACTS:

A dispersion of a beta-phthalocyanine pigment is produced from a crude phthalocyanine. A phthalocyanine crude prod. (I), at least 80% of the particles of which have a size above 1 micron, is converted into a dispersed form which can be used for printing inks and paints.

The improvement is that firstly (I) is pre-mixed with 5-20 wt.%, based on pigment, of a solid surfactant in the form of a fatty acid amine salt of sulphonated phthalocyanine blue, or a solvent-soluble non-ionic or cationic surfactant, and an amt. of an organic solvent-contg. binder which is sufficient to prevent the concn. of (I) to 10-50 wt.%, based on the total mixt.

USE/ADVANTAGE - Dispersion is obtd. of a beta-phthalocyanine pigment in a non-aq. system of binder/organic solvent by a process which enables a phthalocyanine crude prod. to be converted into a dispersion which is directly useable for printing inks. (5pp)

The method of converting a phthalo crude wherein at least 80% by weight of the crude particles have a size greater than 1 micrometer to a dispersed form which is useful in inks and coatings, said method comprising (A) premixing phthalo crude with from about 5 to 20% by weight of surfactant in a binder containing an organic solvent, said premixing being accomplished by agitation to break down loose crude agglomerates and obtain a uniform blend of the crude without appreciably reducing the particles size of the crude, and (B) continuously pumping the blend of (A) through at least one shot mill containing between 50 and 90% by volume of a grinding media that has a size of from 0.1 to 2.5mm diameter and then grinding at such rate that the particle size has been reduced to pigment particle size.

US 4522654A

CHOSEN-DRAWING: Dwg.0/0